

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

REC'D 24 JUL 2000

WIPO

PCT

PRIORITY
DOCUMENTSUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

EP 00/5455 Bescheinigung

4

Die Merck Patent GmbH in Darmstadt/Deutschland hat eine Patentanmeldung unter der
Bezeichnung

"Sprühyrolyse- oder Sprühtrocknungsverfahren sowie
Vorrichtung zur Durchführung"

am 22. Juni 1999 beim Deutschen Patent- und Markenamt eingereicht.

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprüng-
lichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

Die Anmeldung hat im Deutschen Patent- und Markenamt vorläufig die Symbole
B 01 J und C 04 B der Internationalen Patentklassifikation erhalten.

München, den 15. März 2000

Deutsches Patent- und Markenamt

Der Präsident

Im Auftrag

Nietledt

Patenzzeichen: 199 28 392.3

**Merck Patent Gesellschaft
mit beschränkter Haftung
64271 Darmstadt**

**Sprühpyrolyse- oder Sprühtrocknungsverfahren
sowie Vorrichtung zur Durchführung**

Sprühpyrolyse- oder Sprühtrocknungsverfahren sowie Anlage zur Durchführung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein verbessertes Sprühpyrolyse- oder Sprühtrocknungsverfahren zur Herstellung von anorganischen Oxiden und Mischoxiden oder Pulvermaterialien sowie eine Anlage zur Durchführung des Verfahrens.

Viele Pigmente (z.B. TiO_2), Keramiken (SiO_2 , Al_2O_3) und Spezialchemikalien (ZnO_2) werden heute in einer Größenordnung von einigen Millionen Tonnen pro Jahr durch Flammen- Aerosoltechnologie hergestellt [1]. Eine spezielle Form der Flammen- Aerosoltechnologie ist die Sprühpyrolyse, bei der eine PrecursorSalzlösung z.B. direkt in eine Flamme oder in die heißen Verbrennungsgase einer Flamme fein verdüst wird. Dabei verdampft zunächst das Lösungsmittel, z.B. Wasser. Die auskristallisierten Salze werden dann thermisch so zersetzt, daß entweder ein Metalloxid als fester Rückstand verbleibt (z.B. bei Zersetzung von Nitraten) oder das bei der Zersetzung entstehende Metallion von gasförmigem Sauerstoff oxidiert wird. In anderen Prozessen werden die dispersen Produkte aus gasförmigen Edukten in heißer Atmosphäre, z.B. in einem Plasma, synthetisiert. In jedem Fall entstehen feinste Feststoffpartikel, die durch einen Staubabscheider von der Gasströmung abgetrennt und als Produkt gewonnen werden. Qualitätsmerkmal der Pulver ist dabei u.a. eine möglichst enge Korngrößenverteilung, ein möglichst hoher Dispersionsgrad, eine möglichst exakte Stöchiometrie von Mehrkomponentenprodukten, und ein möglichst gegen Null gehender Anteil an "harten Agglomeraten", die z.B. durch das Zerstäubersystem und die Reaktionsbedingungen, insbesondere die Temperatur beeinflussbar sind.

Während des Transportes können die Partikel durch Thermophorese oder Diffusion aus der Gasströmung an der Reaktorwand abgeschieden werden und zu ernststen Betriebsproblemen führen [Pratsinis, S.E.: Flame aerosol synthesis of ceramic powders. In- Progress in Energy and Combustion Science 24 Nr. 3 (1998), 197 - 221].

Derzeit werden durch Sprühpyrolyse Precursorpulver für die Herstellung von Hochtemperatursupraleitern nach einem Verfahren hergestellt, das in bei-

spielsweise in DE 39 16 643 C1 beschrieben ist. Dieses und ähnliche Verfahren weisen im Betrieb folgende Probleme auf:

- 5 1. Pulverige Ablagerungen an der Reaktorwand müssen in zeitlichen Abständen entfernt werden, wodurch der Betrieb der Anlage unterbrochen werden muß.
- 10 2. Aufgrund des Einsprühens in eine Flamme, welche unterschiedliche Temperaturzonen aufweist, reagieren die Lösungströpfchen unter unterschiedlichen Bedingungen. Dadurch wird die Qualität des Produktes (Stöchiometrie, harte Agglomerate) gemindert.
- 15 3. Durch die breite Größenverteilung der Tröpfchen, die durch das Zerstäubersystem vorgegeben ist, fällt auch die Korngrößenverteilung des als Pulver anfallenden Produkts breit aus und weist einen Überkornanteil auf, durch den die Produktqualität gemindert wird.

Es ist daher Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren zur Verfügung zu stellen, welches die genannten Nachteile nicht aufweist. Gleichzeitig ist es auch Aufgabe der Erfindung, eine Vorrichtung zur Verfügung zu stellen, wodurch einerseits Ablagerungen an den Wänden der Anlage vermieden werden, und wodurch es gleichzeitig ermöglicht wird, ein möglichst Agglomerat-freies Produkt mit einer gleichmäßigen Korngrößenverteilung herzustellen, daß eine homogene stöchiometrische Zusammensetzung aufweist.

25 Die Lösung der Aufgabe erfolgt durch eine Sprühpyrolyse- oder Sprühtrocknungsanlage, welche vertikal oder horizontal aufgebaut sein kann und die sich dadurch auszeichnet, daß

- 30 a) eine Reaktionsröhre (1) in einem Außenrohr (2) aus hitzebeständigen Stahlblech so untergebracht ist, daß sich zwischen den beiden Rohren ein Ringraum bildet, wobei sich
- b) an einem Ende der Rohre ein Zerstäubungssystem (3) befindet und
- c) ein oder mehrere Gaseinlaßstutzen (5) in den Ringraum münden, und
- d) gegebenenfalls Gaseintrittsschlitze (6) und (7) auf der Höhe des Zerstäubungssystems in die Reaktionsröhre münden.

35 Die Reaktionsröhre dieser Sprühpyrolyse- oder Sprühtrocknungsanlage besteht aus einem hitzebeständigen, porösen Material.

Gegenstand der Erfindung ist somit eine Sprühpyrolyse- oder Sprühtrocknungsanlage, die eine Reaktionsröhre aus einem bis zu 1200 °C temperaturbeständigen porösen Material aufweist, welches einen Porendurchmesser von 1 bis 5 µm aufweist.

5

Vorzugsweise besteht das temperaturbeständige poröse Material aus hitzebeständigen Metall-Legierungen.

10

Insbesondere handelt es sich bei diesem Material um hitzebeständige Metallsinter-, Metallmaschen- oder Metallfliesmedien.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist auch eine Sprühpyrolyse- oder Sprühtrocknungsanlage deren Zerstäubungssystem aus einer Düsenplatte besteht, auf die die Zertropfungsenergie mit einem piezokeramischen Oszillator übertragen wird.

15

Als geeignete Düsenplatten können in der erfindungsgemäßen Anlage Düsenplatten mit Bohrungen mit einem Durchmesser von 10 bis 40 µm eingebaut sein.

20

Insbesondere ist auch die Reaktionsröhre aus einem gasdurchlässigen, bis zu 1200 °C temperaturbeständigen porösen Material, welches einen Porendurchmesser von 1 bis 5 µm aufweist, Gegenstand der vorliegenden Erfindung.

25

Das Sprühpyrolyse- oder Sprühtrocknungsverfahren, wird erfindungsgemäß durchgeführt, indem Gas durch einen Gasstutzen (5) in einen Ringraum geleitet wird, der aus einer Reaktionsröhre (1) und einem Außenrohr (2) gebildet wird, das eingeleitete Gas durch das poröse Material der Reaktionsröhre in den Reaktionsraum strömt, wodurch sich ein von der Mantelfläche abgewandter Gasstrom bildet, der wiederum ein Absetzen gebildeter Partikel auf der Fläche verhindert.

30

Weiterhin wird eine Lösung oder Suspension eines Metallsalzes oder eine Mischung von Metallsalzen in gewünschtem stöchiometrischen Verhältnis mittels eines Zerstäubungssystems (3), bestehend aus einer Düsenplatte, auf die die Zertropfungsenergie mit einem piezokeramischen Oszillator übertragen wird, fein verteilt in Form eines mondispersen

35

5 Sprays in die Reaktionsröhre (1) eingetragen wird, wo es mit dem gegebenenfalls vorgeheizten durch die poröse Wand der Reaktionsröhre einströmenden Gas zusammentrifft und entweder im Gasstrom zu einem Pulver mit gleichmäßiger Korngrößenverteilung getrocknet wird und mit dem Gasstrom am Ende der Reaktionsröhre ausgetragen wird oder durch Zufuhr von zusätzlicher Prozessenergie im Gasstrom zur Reaktion gebracht wird, wobei letztere exotherm sein kann, und das gebildete Reaktionsprodukt als feinteiliges Pulver mit dem Gasstrom am Ende der Reaktionsröhre ausgetragen wird.

10 In einer besonderen Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird die Wand der Reaktionsröhre während der exothermen Reaktion ständig durch das von außen durchtretende Gas gekühlt.

15 Weiterhin kann, falls dieses erforderlich ist, während der Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens zusätzliche Prozessenergie durch Verbrennung eines Gases mit einem Oxidationsmittel zugeführt werden, wobei entweder

20 eine Luftzufuhr von außen über den Gaseinlaßstutzen (5) und die Gaszugabe von innen über Gasstutzen und Eintrittsschlitz (6) und (7) erfolgt oder

25 die Gaszugabe von außen (5), die Luftzufuhr von innen über Gasstutzen und Eintrittsschlitz (6) und (7) erfolgt, oder indem die durch den Gaseinlaßstutzen (5) zugeführte Luft elektrisch aufgeheizt wird, durch die poröse Wand strömt und mit dem durch den Gasstutzen und Eintrittsschlitz (6) und (7) zugegebenen Brenngasstrom exotherm reagiert und die Reaktionstemperatur erhöht.

30 Durch das erfindungsgemäße Verfahren werden Pulvermaterialien mit einer durchschnittlichen Partikelgröße von 0,1 bis 10 µm erhalten.

35 Wie bereits aus der Aufgabenstellung zu erkennen ist, beziehen sich Merkmale der vorliegenden Erfindung insbesondere auf Veränderungen von bereits bekannten Sprühpyrolyseverfahren und zielen auf die Lösung der geschilderten Betriebsprobleme. Im Einzelnen sind dies:

1. Die Ausführung des Reaktionsrohres als poröse Wand, die von einem Gas durchströmt wird, wodurch von der Wand abgewandter Gasstrom entsteht und ein ansetzen von Partikeln verhindert wird (Fig. 1).
- 5 2. Die Vorbehandlung und Führung der im Prozeß verwendeten Gase zur gezielten Beeinflussung des Prozesses und der Produktqualität.
- 3 . Die Verwendung eines bekannten Spraysystems für die Herstellung oxidischer Pulver auf Basis von ein- oder mehrkomponentigen Metalloxiden, welches dadurch gekennzeichnet ist, das es eine sehr enge Größenverteilung bei großer Feinheit der Tröpfchen erzeugt, wodurch die Produktqualität günstig beeinflußt wird.
- 10
- 15 Erfindungsgemäß wird anstatt eines Rohrreaktors aus einem temperaturbeständigen Stahlblech ein zylindrisches Rohr aus einem porösen, stabilen Material konzentrisch in einem Rohrreaktor angebracht. Geeignete Materialien für diesen Zweck können solche sein, die für Heißgasfilterkerzen verwendet werden, wie beispielsweise Metallsinter- Metallmaschen- oder Metallfließmedien. Diese Materialien bestehen aus hitzebeständigen Metallegierungen, wie Inconel 600 oder Hastalloy x, die eine Temperaturbeständigkeit bis zu 1200 °C aufweisen. Eine aus einem solchen Material bestehende Reaktionsröhre (1) wird in einem Außenrohr (2) aus hitzebeständigem Stahlblech derart untergebracht, daß sich zwischen den beiden Röhren ein Ringraum bildet. An einem Ende der wahlweise vertikal oder horizontal stehenden Röhren befindet sich das Zerstäubersystem (3), und am gegenüberliegenden Ende der Gasauslaß (4). Vorzugsweise wird die erfindungsgemäße Anlage vertikal errichtet und das Zerstäubersystem am oberen Ende angebracht, so daß das gebildete Produkt mit dem Gasstrom am unteren Ende ausgetragen werden kann. Durch ein geeignetes Filtersystem wird an dieser Stelle der heiße Gasstrom von den gebildeten Partikeln befreit. Als Filtersystem kann ein beliebiges, für diesen Zweck geeignetes System eingesetzt werden.
- 20
- 25
- 30
- 35 Ein durch Gasstutzen (5) in den Ringraum eingeleitetes Gas durchströmt das poröse Medium gleichmäßig durch die Mantelfläche und verhindert so, daß sich Partikeln aus der Heißgasströmung auf der Wandung absetzen. Der Reaktor wird also wie eine Filterkerze in ständiger Abreinigung betrieben.

Die somit zur Verfügung gestellte Anlage zeichnet sich gegenüber früheren Versuchen zur Lösung der beschriebenen Probleme durch einen einfacheren Aufbau aus. Vergleichsweise sei hier auf die in den beiden Patenten DE 42 14 725 C2 und DE 42 14 722 C2 verwendete Anlage hingewiesen, wobei ein
5 Abscheidung an der Reaktorwand durch eine Inertgasschicht vermieden werden soll. Die Inertgasschicht wird erzeugt, indem durch speziell geformte Ringspalte in der Reaktorwand ein Inertgasstrom eingebracht wird, der über den Coandaeffekt an der Reaktorwand anliegt.

10 Im Gegensatz dazu beruht in der erfindungsgemäßen Anlage die Verhinderung der Partikelablagerung auf der Ausbildung eines von der Wand weg gerichteten Strömungsfeldes.

Durch Vorbehandlung und Führung der Prozeßgase läßt sich der Prozeß gezielt beeinflussen. Es ergeben sich prinzipiell folgende Möglichkeiten:
15

1. Reiner elektrischer Betrieb des Prozesses

Durch die Stutzen (5) wird elektrisch vorgeheiztes Gas, z. B. durch einen elektrischen Lufterhitzer vorgeheizte Luft, in den Ringraum eingeleitet, das
20 durch die poröse Wand in den Reaktionsraum eintritt.

Je nach Bedarf können mehrere solcher Gaseinlaßstutzen mit Gas unterschiedlicher Temperatur beschickt werden. Gegebenenfalls kann das Reaktionsrohr gezielt segmentiert werden, um das Temperaturprofil im Reaktionsraum beeinflussen zu können. Die Reaktionstemperatur bei dieser Fahrweise ist wegen der Materialbeständigkeit auf maximal 1200 °C begrenzt und kann in diesen Grenzen frei geregelt werden.
25

2. Reiner Verbrennungsbetrieb

30 In diesem Fall wird die Prozeßenergie durch Verbrennung eines Gases (z.B. H₂) mit einem Oxidationsmittel (z.B. Luft) bereitgestellt. Dabei werden die Reaktanden dem Reaktionsrohr getrennt zugegeben. Bei Erreichen der Zündbedingungen reagieren sie exotherm miteinander. Es bereitet keine Probleme, wenn möglicherweise bei dieser Fahrweise die Reaktionstemperatur die maximale Materialtemperatur von 1200 °C überschreitet, da die Reaktorwand durch den hinzutretenden Gasstrom ständig gekühlt wird. Die Re-
35

gelung der Reaktionstemperatur muß über die Luftverhältniszahl der Verbrennung erfolgen. Dabei ergeben sich grundsätzlich folgende Möglichkeiten der Prozeßführung:

- 5 I. Luftzugabe- von außen durch Gaseinlaßstutzen (5), Gaszugabe von innen über Gasstutzen und Eintrittsschlitz (6),(7).
- II. Gaszugabe von außen Gaseinlaßstutzen (5), Luftzugabe von innen über Gasstutzen und Eintrittsschlitz (6),(7).

10

3. Kombiniertes Elektro-/Verbrennungsbetrieb

15

Dieses Verfahren besteht aus einer Kombination des unter 1. und 2. beschriebenen Betriebs der Anlage. Hier kann der durch den Gaseinlaßstutzen (5) aufgegebenen Luftstrom elektrisch vorgeheizt werden. Dieser Heißgasstrom kann dann mit dem durch den Gasstutzen (6) und den Eintrittsschlitz (7) zugegebenen Brenngasstrom exotherm reagieren und somit die Reaktionstemperatur erhöhen. Diese Fahrweise ermöglicht sowohl eine sichere Zündung durch Vorwärmung des Oxidationsmittels über die Zündtemperatur als auch eine luftzahlunabhängige Regelung der Reaktionstemperatur durch elektrische Beeinflussung der Vorwärmtemperatur.

20

Prinzipiell sind die beiden unter 1 und 2 genannten Fahrweisen mit Vorwärmung von Luft bzw. Gas möglich.

25

Eine Betriebsweise wie unter 3. beschrieben hat gegenüber der unter 1. beschriebenen den Vorteil, daß eine höhere Reaktionstemperatur erreichbar ist. Gegenüber einer Betriebsweise wie unter 2. hat die letzte Variation den Vorteil einer sicheren Zündung.

30

Neben der beschriebenen erfindungsgemäßen Führung der Gasströme weist die vorliegende Anlage ein Spraysystem, wie in Brenn, G.- Heliö, T.- Durst, F.: A new apparatus for the production of monodisperse sprays at high flow rates. In: Chemical Engineering Science 52 Nr. 2 (1997), 237 – 244 und Brenn, G.- Durst, F. - Tropea, C.: Monodisperse Sprays for various purposes - their production and characteristics. In: Part. Syst. Charact. 13 (1996), 179

35

– 185, beschrieben auf, das auf dem Prinzip des Rayleigh'schen Strahlzerfalls auf Grund hochfrequenter Anregung basiert.

Dieses System ermöglicht es, ein monodisperses Spray zu erzeugen. Die Zertropfungsenergie wird durch die Anregung einer Düsenplatte mit einem piezokeramischen Oszillator übertragen, auf der die Flüssigkeitssäule ansteht. Die Düsenplatte ist mit Bohrungen versehen, die mit Laserstrahlen gebohrt werden können und Durchmesser bis hinab zu 10 µm aufweisen können. Wahlweise können Düsenplatten mit unterschiedlichen Bohrungen eingesetzt werden. Es können solche mit Durchmessern von 10 bis 40 µm eingesetzt werden. Erfahrungsgemäß ist es jedoch so, daß die Produktqualität um so besser ist, je kleiner die Porendurchmesser der eingesetzten Düsenplatte ist. Üblicherweise beträgt der Tropfendurchmesser der versprühten Lösungen ca. den 2-fachen Bohrungsdurchmesser. Minimal kann also auf diese Weise ein Tropfendurchmesser von 20 µm erzielt werden, was feiner ist als die Tropfen der meisten konventionellen Düsensysteme. Für die Sprayerzeugung in Sprühpyrolyseprozessen weist daher diese Düse folgende Vorteile auf:

- Es ist kein Zerstäubungsgas erforderlich.
- Es wird eine monodispers Tropfengrößenverteilung erzielt.
- Es können beliebig gebohrte Düsenmuster auf der Düsenplatte angebracht sein.
- Es können Düsenplatten mit großer Fläche eingesetzt werden.
- Es können Sprays mit feinsten Tropfendurchmessern erzeugt werden bei großen Durchsätzen.

Die enge Tropfenverteilung bei hoher Feinheit beeinflusst die Partikelgrößenverteilung des Produktes in vorteilhafter Weise, so daß feinste Pulvermaterialien mit einer gleichmäßigen Korngrößenverteilung erzeugt werden können. Weiterhin wurde gefunden, daß die Bildung von harten Agglomeraten durch geeignete Prozessführung nahezu gänzlich unterbunden werden kann.

Die Variabilität bei der Gestaltung der Düsenplatte und die Tatsache, daß die Zerstäubung ohne zusätzliches Gas realisiert werden kann, ermöglicht eine optimale Anpassung des Systems an die Verwendung der Anlage als Sprühpyrolyseanlage.

Entsprechende Versuche haben die besondere Eignung des beschriebene Systems bei der Herstellung von keramischen Pulvern durch Sprühpyrolyse gezeigt.

5 Mit den gegebenen Informationen ist es dem Fachmann möglich, je nach Bedarf unterschiedliche Variationen der beschriebenen Anlage zu verwirklichen, die in unterschiedlichster Betriebsweise jeweils angepasst an das gewünschte Produkt gefahren werden können. Dementsprechend fallen in den Schutzbereich dieser Erfindung nicht nur die in dieser Anmeldung speziell
10 beschriebenen Ausführungsformen der Anlage und des Verfahrens sondern auch deren in einfacher Weise durchführbaren Abänderungen.

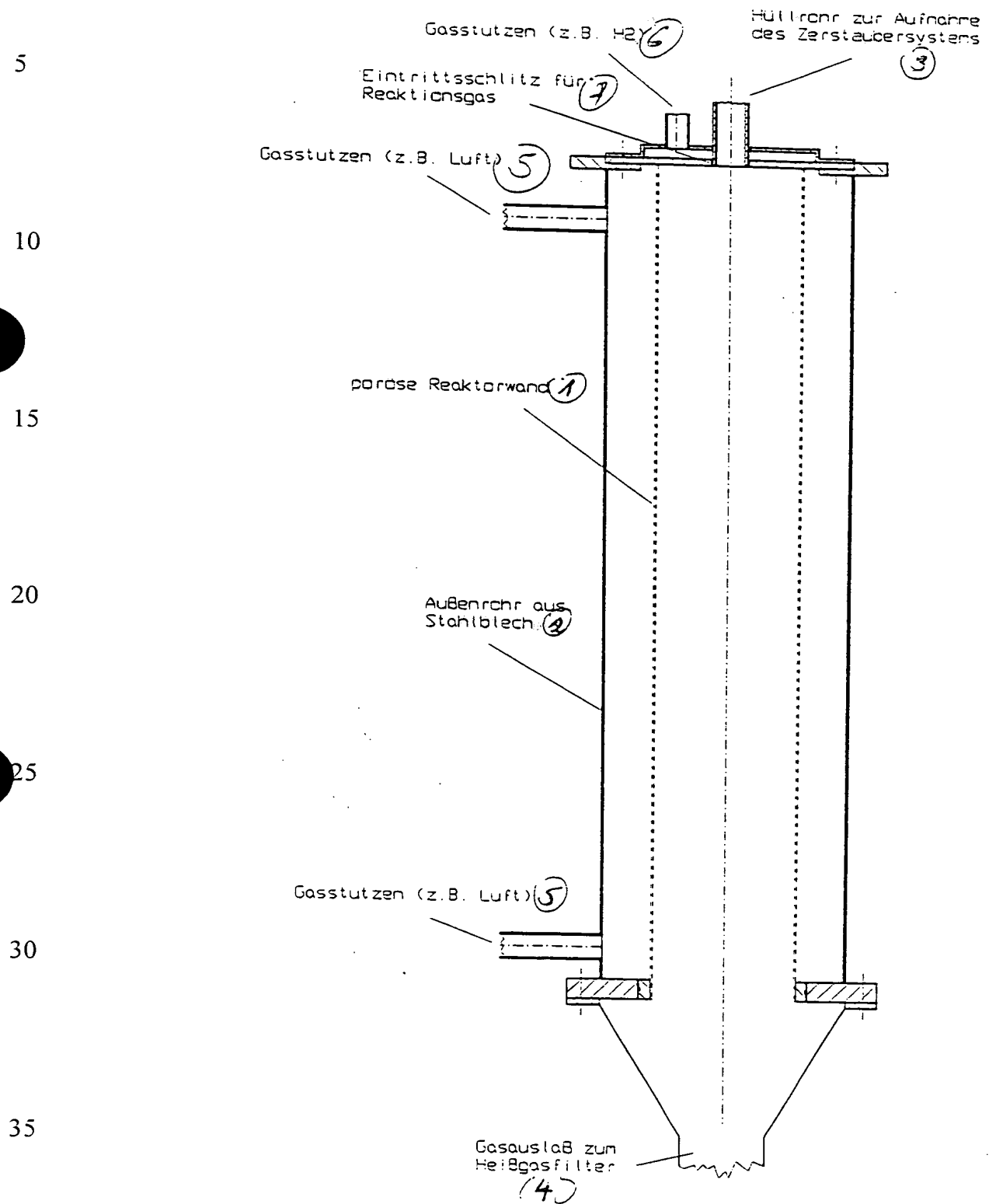
Fig. 1 zeigt eine mögliche Ausführungsform der erfindungsgemäßen Anlage. Mit den Ziffern (1) bis (7) bezeichneten Teile der Anlage sind folgende:

- 15 (1) Reaktionsröhre
(2) Außenrohr
(3) Zerstäubungssystem
(4) Gasauslaß
(5) Gasstutzen
20 (6) Gasstutzen
(7) Eintrittsschlitz für Reaktionsgas

25
30

35

Fig. 1



PATENTANSPRÜCHE

1. Sprühpyrolyse- oder Sprühtrocknungsanlage, dadurch gekennzeichnet, daß in einer vertikal oder horizontal aufgebauten Anlage
- 5 a) eine Reaktionsröhre (1) in einem Außenrohr (2) aus hitzebeständigen Stahlblech so untergebracht ist, so daß sich zwischen den beiden Rohren ein Ringraum bildet, wobei sich
- b) an einem Ende der Rohre ein Zerstäubungssystem (3) befindet und am gegenüberliegenden Ende der Gasauslaß (4), während
- 10 c) ein oder mehrere Gaseinlaßstutzen (5) in den Ringraum, wahlweise in Höhe des Zerstäubungssystems oder über die Länge der Anlage verteilt mündet/n und
- d) gegebenenfalls Gaseintrittsschlitze (6) und (7) auf der Höhe des Zerstäubungssystems in die Reaktionsröhre münden.
- 15 2. Sprühpyrolyse- oder Sprühtrocknungsanlage gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Reaktionsröhre aus einem hitzebeständigen, porösen Material besteht.
- 20 3. Sprühpyrolyse- oder Sprühtrocknungsanlage gemäß der Ansprüche 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Reaktionsröhre aus einem bis zu 1200 °C temperaturbeständigen porösen Material besteht, welches einen Porendurchmesser von 1 bis 5 µm aufweist.
- 25 4. Sprühpyrolyse- oder Sprühtrocknungsanlage gemäß der Ansprüche 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß das temperaturbeständige poröse Material aus hitzebeständigen Metall-Legierungen besteht.
5. Sprühpyrolyse- oder Sprühtrocknungsanlage gemäß der Ansprüche 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Reaktionsröhre aus hitzebeständigen Metallsinter-, Metallmaschen- oder Metallfliesmedien besteht.
- 30 6. Sprühpyrolyse- oder Sprühtrocknungsanlage gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Zerstäubungssystem aus einer Düsenplatte besteht, auf die die Zertropfungsenergie mit einem piezokeramischen Oszillator übertragen wird.
- 35

7. Sprühpyrolyse- oder Sprühtrocknungsanlage gemäß Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Düsenplatte Bohrungen von 10 bis 40 μm aufweist.
- 5 8. Reaktionsröhre aus einem gasdurchlässigen, bis zu 1200 °C temperaturbeständigen porösen Material, welches einen Porendurchmesser von 1 bis 5 μm aufweist
- 10 9. Sprühpyrolyse- oder Sprühtrocknungsverfahren, dadurch gekennzeichnet, daß Gas durch einen Gasstutzen (5) in einen Ringraum geleitet wird, der aus einer Reaktionsröhre (1) und einem Außenrohr (2) gebildet wird, das eingeleitete Gas durch das poröse Material der Reaktionsröhre in den Reaktionsraum strömt, wodurch sich ein von der Mantelfläche abgewandter Gasstrom bildet, der ein Absetzen gebildeter Partikel auf der Fläche verhindert.
- 15 10. Sprühpyrolyse- oder Sprühtrocknungsverfahren, dadurch gekennzeichnet, daß eine Lösung oder Suspension eines Metallsalzes oder eine Mischung von Metallsalzen in gewünschtem stöchiometrischen Verhältnis mittels eines Zerstäubungssystems (3), bestehend aus einer Düsenplatte, auf die die Zertropfungsenergie mit einem piezokeramischen Oszillator übertragen wird, fein verteilt in Form eines monodispersen Sprays in die Reaktionsröhre (1) eingetragen wird, wo es mit dem vorgeheizten durch die poröse Wand der Reaktionsröhre einströmenden Gas zusammentrifft und
- 20 entweder im Gasstrom zu einem Pulver mit gleichmäßiger Korngrößenverteilung getrocknet wird und mit dem Gasstrom am Ende der Reaktionsröhre ausgetragen wird oder
- 25 durch Zufuhr von zusätzlicher Prozessenergie im Gasstrom zur Reaktion gebracht wird, wobei letztere exotherm sein kann, und das gebildete partikelförmige Produkt mit dem Gasstrom am Ende der Reaktionsröhre ausgetragen wird.
- 30 11. Verfahren gemäß der Ansprüche 9 und 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Wand der Reaktionsröhre während der exothermen Reaktion ständig durch das von außen durchtretende Gas gekühlt wird.
- 35

- 5 12. Verfahren gemäß der Ansprüche 9 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß zusätzliche Prozessenergie durch Verbrennung eines Gases mit einem Oxidationsmittel zugeführt wird, wobei entweder eine Luftzufuhr von außen über den Gaseinlaßstutzen (5) und die Gaszugabe von innen über Gasstutzen und Eintrittsschlitz (6) und (7) oder die Gaszugabe von außen (5) und die Luftzugabe von innen über Gasstutzen und Eintrittsschlitz (6) und (7) erfolgt, oder die durch den Gaseinlaßstutzen (5) zugeführte Luft elektrisch aufgeheizt wird, durch die poröse Wand strömt und mit dem durch den Gasstutzen und den Eintrittsschlitz (6) und (7) zugegebenen Brenngasstrom exotherm reagiert und die Reaktionstemperatur erhöht.
- 10 13. Verfahren gemäß der Ansprüche 9 bis 12 dadurch gekennzeichnet, daß Pulvermaterialien mit einer durchschnittlichen Partikelgröße von 0,1 bis 10 µm erhalten werden.
- 15
- 20
- 25
- 30
- 35

ZUSAMMENFASSUNG

Die vorliegende Erfindung betrifft ein verbessertes Sprühpyrolyse- oder
Sprühtrocknungsverfahren zur Herstellung von anorganischen Oxiden und
5 Mischoxiden oder Pulvermaterialien sowie eine Anlage zur Durchführung des
Verfahrens.

10

15

20

25

30

35